

EKU

日本国特許庁

PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

PCT/JP00/03912

04.06.2000

15.06.00

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application:

1999年 6月15日

出願番号  
Application Number:

平成11年特許願第168864号

出願人  
Applicant(s):

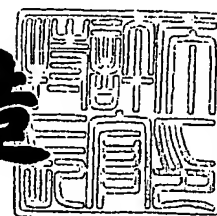
旭電化工業株式会社

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2000年 7月21日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2000-3057363

【書類名】 特許願

【整理番号】 995003

【提出日】 平成11年 6月15日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C08K 5/527

【発明者】

【住所又は居所】 埼玉県浦和市白幡5丁目2番13号 旭電化工業株式会社  
社内

【氏名】 春名 徹

【発明者】

【住所又は居所】 埼玉県浦和市白幡5丁目2番13号 旭電化工業株式会社  
社内

【氏名】 高橋 雅之

【特許出願人】

【識別番号】 000000387

【氏名又は名称】 旭電化工業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100090491

【弁理士】

【氏名又は名称】 三浦 良和

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 026033

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9200692

【プルーフの要否】 要

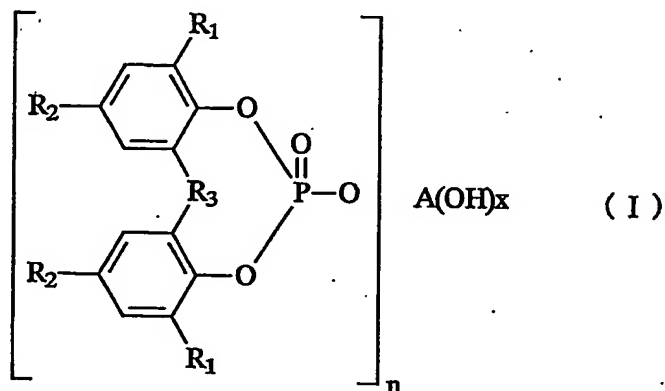
【書類名】 明細書

【発明の名称】 造核剤

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 平均粒径が  $10\ \mu\text{m}$  以下であり、平均アスペクト比が 10 以下であり、かつ、かさ比重が 0.1 以上である一般式 (I) で表わされる芳香族リン酸エステル金属塩からなる造核剤。

【化 1】



(式中、 $\text{R}_1$ は炭素原子数 4～8 のアルキル基を、 $\text{R}_2$ は水素原子または炭素原子数 1～8 のアルキル基を、 $\text{R}_3$ は炭素原子数 1～4 のアルキリデン基を、A は ( $n+x$ ) 価の金属を、 $n$  は 1～3 の整数を、 $x$  は 0～2 の整数を表す。)

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、取り扱い性に優れ、樹脂の透明性、機械強度の向上効果にも優れたリン酸エステル金属塩系造核剤に関し、より詳細には、特定の範囲の平均粒径、アスペクト比およびかさ比重を有することを特徴とする樹脂へ添加する際の取り扱いに優れ、添加された樹脂の透明性や機械強度の向上効果にも優れた造核剤に関する。

【0002】

【従来の技術】

芳香族リン酸エステル金属塩は結晶性合成樹脂の結晶化温度、透明性及び機械

強度を向上する造核剤として広く用いられている。これら芳香族リン酸エステル金属塩系造核剤は、柱状結晶化合物であり、樹脂へ練り込む際の分散性を向上するために $10\mu\text{m}$ 以下に微粉化されることが好ましいが、従来の微粉化物はアスペクト比が大きく、かさ比重が小さいものであり、自動計量に不向きであり、流動性が乏しいことによるホッパーなどからの仕込み性不良の問題があった。

【0003】

微粉化すれば分散性は向上するが流動性が低下、粒径を大きくすれば流動性は向上するが分散性が低下し、造核剤としての透明性改良効果や機械強度向上効果が低下するため、微粒子でありながら流動性に優れた造核剤が望まれていた。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

本発明者らは上記の現状に鑑み鋭意検討を行った結果、芳香族リン酸エステル金属塩の平均粒径、平均アスペクト比及びかさ比重の範囲を特定の範囲内に制御することで、微粉でありながら流動性に優れた芳香族リン酸エステル金属塩が得られることを見出し、本発明に到達した。

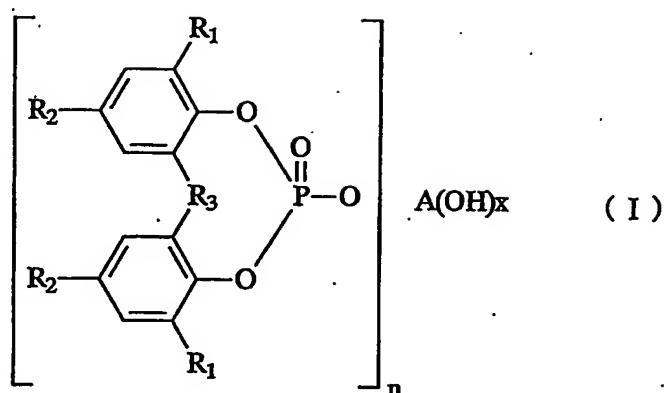
【0005】

【課題を解決するための手段】

即ち、本発明は、平均粒径が $10\mu\text{m}$ 以下であり、平均アスペクト比が10以下であり、かさ比重が0.1以上の一般式(I)で表される芳香族リン酸エステル金属塩からなる造核剤を提供することである。

【0006】

【化 2】



(式中、 $\text{R}_1$ は炭素原子数4～8のアルキル基を、 $\text{R}_2$ は水素原子または炭素原子数1～8のアルキル基を、 $\text{R}_3$ は炭素原子数1～4のアルキリデン基を、Aは $(n+x)$ 価の金属を、 $n$ は1～3の整数を、 $x$ は0～2の整数を表す。)

【0007】

以下に、本発明を詳細に説明する。

【0008】

(芳香族リン酸金属塩)

一般式(I)における $\text{R}_1$ で表される炭素原子数4～8のアルキル基としては、例えば、ブチル、第二ブチル、第三ブチル、ペンチル、第三ペンチル、ヘキシル、シクロヘキシル、ヘプチル、オクチル、イソオクチル、第三オクチルなどが挙げられる。

【0009】

$\text{R}_2$ で表されるアルキル基としては、例えば、メチル、エチル、プロピル、イソプロピル、ブチル、第二ブチル、第三ブチル、ペンチル、第三ペンチル、ヘキシル、シクロヘキシル、ヘプチル、オクチル、イソオクチル、第三オクチルなどが挙げられる。

【0010】

$\text{R}_3$ で表されるアルキリデン基としては、例えば、メチレン、エチリデン、プロピリデン、ブチリデンなどが挙げられる。

【0011】

Aで表される金属としては、リチウム、ナトリウム、カリウムなどのアルカリ金属、マグネシウム、カルシウムなどのアルカリ土類金属、亜鉛、アルミニウムなどが挙げられる。

【0012】

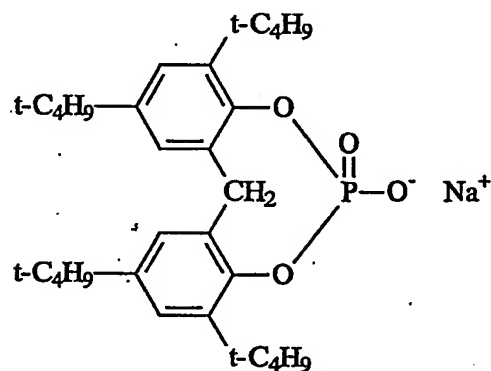
本発明に係る平均粒径、平均アスペクト比およびかさ比重が特定の範囲内である芳香族リン酸エステル金属塩の製造方法としては、従来公知の方法で合成した芳香族リン酸エステル金属塩をボールミル、ヘンシェル、ニーダなどの粉砕装置を用いて粉砕することで製造できる。

【0013】

一般式(I)で表わされる化合物としては、より具体的には以下の化合物No. 1~4の化合物が挙げられる。ただし、本発明は以下の化合物により何等制限を受けるものではない。

【0014】

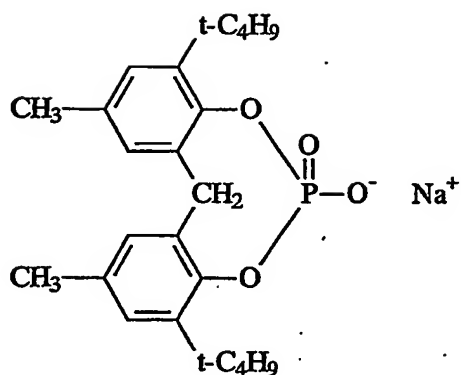
【化3】



化合物No. 1

【0015】

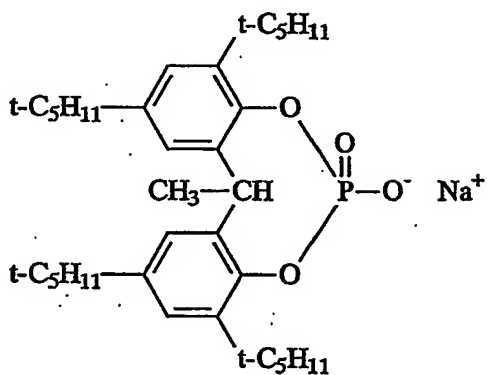
【化 4】



化合物 No. 2

【0016】

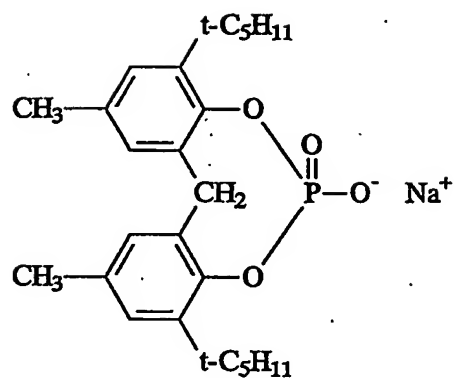
【化 5】



化合物 No. 3

【0017】

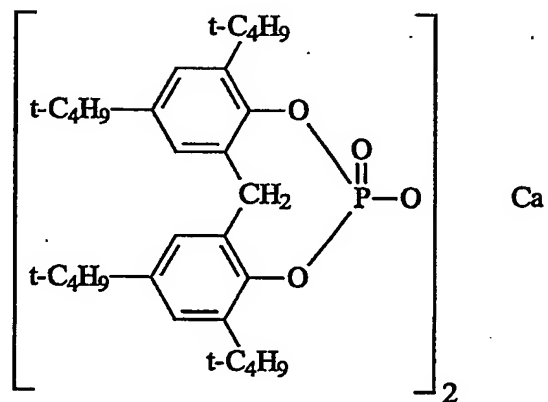
【化 6】



化合物 No. 4

【0018】

【化 7】

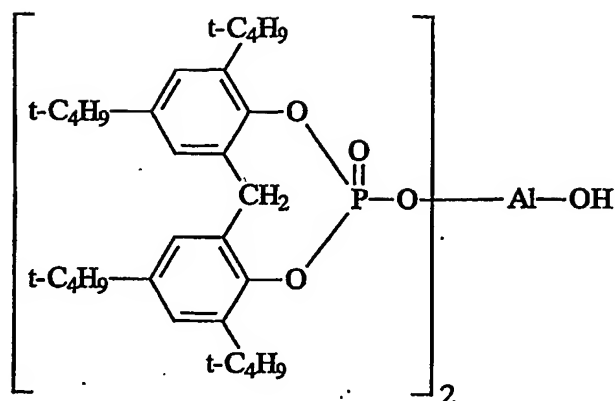


化合物 No. 5

【0019】



【化 8】



化合物 No. 6

【0020】

上記一般式 (I) で表される芳香族リン酸エステル金属塩の合成方法は前記のように特に限定されるものではなく、公知の製法で合成され、粉碎方法を組み合わせたり、特定の粉碎方法で一定時間範囲粉碎することで平均粒径、アスペクト比及びかさ比重が特定の範囲にある本発明の造核剤が得られる。

【0021】

本発明の造核剤の製造に用いられる粉碎機としては、具体的には、圧縮粉碎型として、ブレーキ、ドッジ、シングル・トッグル・ジョークラッシャ、ジャイレトリ、コーン、ハイドロ・コーンクラッシャ、ロール、シングル・ロール、ディスククラッシャなどが挙げられ、衝撃圧縮粉碎型としてはスタンプミル、ハンマミル、インペラブレーカ、インパクトクラッシャ、レイモンド垂直ミル、ディスクインテグレータ、ディスクメンブレータ、チタンミル、ノボロータ、ミクロンミル、ジェットミル、ジェットバルベライザ、ミクロナイザ、リダクシヨナイザ、噴射式粉碎機、エヤーミル、ボールミル、チューブミル、ロッドミル、コニカル、トリコンミル、ヒルデブランドミルなどが挙げられ、せん断粉碎型としてはカッティングミル、ロータリクラッシャ、せん断ロールミルなどが挙げられ、摩擦粉碎型としては、挽き臼、パンミル、アトリションミル、エッジランナ、サンドグラインダ、スクリュークラッシャ、塔式摩砕機、遠心ローラミル、遠心ボールミル、リングロールミル、高速ボールミル、低速ボールミル、ハイスイングボール

ミル、プレミヤミル、シャロットミルなどが挙げられる。特に型の異なる2種以上の粉碎機を組み合わせることが望ましい。

【0022】

後記実施例及び比較例により、粉碎方法や粉碎時間を選択すること、あるいは組み合わせることにより、平均粒径が小さくてもアスペクト比が大きい粉末と小さい粉末が得られることを示す。

【0023】

本発明の造核剤が用いられる結晶性合成樹脂としては、ポリプロピレン、高密度ポリエチレン、低密度ポリエチレン、直鎖低密度ポリエチレン、ポリブテン-1、ポリ3-メチルペンテン、ポリ4-メチルペンテン、エチレン/プロピレンブロックまたはランダム共重合体などの $\alpha$ -オレフィン重合体；ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリヘキサメチレンテレフタレートなどの熱可塑性直鎖ポリエステル；ポリフェニレンスルフィド；ポリカプロラクトン；ポリヘキサメチレンアジポアミドなどの直鎖ポリアミドなどを挙げることができる。

本発明の造核剤を結晶性合成樹脂に添加する添加量は、樹脂の種類等により異なるが、樹脂100重量部に対し、通常0.001～10重量部、好ましくは0.01～5重量部の範囲である。

【0024】

前記樹脂としては、 $\alpha$ -オレフィン重合体を例にとると、密度、軟化点、メルトフローレート、分子量分布、溶媒への不溶分の割合、立体規則性の程度、重合触媒の種類、触媒残渣の処理工程の有無、原料となるオレフィンの種類や配合比率などにより本発明の造核剤の添加効果の程度に差異はあるものの、いずれにおいても有効であり、例えば、特開昭63-37148号公報、特開昭63-37152号公報、特開昭63-90552号公報、特開昭63-210152号公報、特開昭63-213547号公報、特開昭63-243150号公報、特開昭63-243152号公報、特開昭63-260943号公報、特開昭63-260944号公報、特開昭63-264650号公報、特開平1-178541号公報、特開平2-49047号公報、特開平2-102242号公報、特開

平2-251548号公報、特開平2-279746号公報、特開平3-195751号公報、特開平7-118466号公報、特開平7-118486号公報、特開平7-133380号公報、特開平7-138421号公報、特開平7-173302号公報、特開平7-173317号公報、特開平7-173341号公報、特開平7-179684号公報、特開平7-179691号公報、特開平7-195592号公報、特開平7-238204号公報、特開平7-242776号公報、特開平7-268143号公報、特開平7-286089号公報、特開平8-27335号公報、特開平8-34885号公報、特開平8-59920号公報、特開平8-59921号公報、特開平8-73671号公報、特開平8-81589号公報、特開平8-81595号公報、特開平8-134293号公報、特開平8-269266号公報、特開平8-291236号公報、特開平8-311272号公報、特開平8-311295号公報、特開平8-231788号公報、特開平9-3274号公報、特開平9-3293号公報、特開平9-12805号公報、特開平9-20840号公報、特開平9-59443号公報、特開平9-59455号公報、特開平9-67501号公報などに記載された樹脂や樹脂組成物が挙げられる。

【0025】

本発明の造核剤は、混合物の平均粒径等が本発明で規定する範囲内にあれば、異なる芳香族リン酸エステル金属塩からなる造核剤の二種類以上を混合して用いてよい。また、必要に応じてフェノール系酸化防止剤、リン系酸化防止剤、チオエーテル系酸化防止剤などの酸化防止剤、紫外線吸収剤、ヒンダードアミン系光安定剤、他の造核剤、帯電防止剤、充填剤、難燃剤、滑剤などと併用することが好ましい。

【0026】

上記フェノール系酸化防止剤としては、例えば、2, 6-ジ第三ブチル-p-クレゾール、2, 6-ジフェニル-4-オクタデシロキシフェノール、ジステアリル(3, 5-ジ第三ブチル-4-ヒドロキシベンジル)ホスホネート、1, 6-ヘキサメチレンビス[(3, 5-ジ第三ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸アミド]、4, 4'-チオビス(6-第三ブチル-m-クレゾール)

、2, 2'-メチレンビス(4-メチル-6-第三ブチルフェノール)、2, 2'-メチレンビス(4-エチル-6-第三ブチルフェノール)、4, 4'-ブチリデンビス(6-第三ブチル-m-クレゾール)、2, 2'-エチリデンビス(4, 6-ジ第三ブチルフェノール)、2, 2'-エチリデンビス(4-第二ブチル-6-第三ブチルフェノール)、1, 1, 3-トリス(2-メチル-4-ヒドロキシ-5-第三ブチルフェニル)ブタン、1, 3, 5-トリス(2, 6-ジメチル-3-ヒドロキシ-4-第三ブチルベンジル)イソシアヌレート、1, 3, 5-トリス(3, 5-ジ第三ブチル-4-ヒドロキシベンジル)イソシアヌレート、1, 3, 5-トリス(3, 5-ジ第三ブチル-4-ヒドロキシベンジル)-2, 4, 6-トリメチルベンゼン、2-第三ブチル-4-メチル-6-(2-アクリロイルオキシ-3-第三ブチル-5-メチルベンジル)フェノール、ステアリル(3, 5-ジ第三ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート、チオジエチレングリコールビス〔(3, 5-ジ第三ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート〕、1, 6-ヘキサメチレンビス〔(3, 5-ジ第三ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート〕、ビス〔3, 3-ビス(4-ヒドロキシ-3-第三ブチルフェニル)ブチリックアシッド〕グリコールエステル、ビス〔2-第三ブチル-4-メチル-6-(2-ヒドロキシ-3-第三ブチル-5-メチルベンジル)フェニル〕テレフタレート、1, 3, 5-トリス〔(3, 5-ジ第三ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオニルオキシエチル〕イソシアヌレート、テトラキス〔3-(3, 5-ジ第三ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸メチル〕メタン、3, 9-ビス〔1, 1-ジメチル-2-{(3-第三ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)プロピオニルオキシ}エチル〕-2, 4, 8, 10-テトラオキサスピロ〔5.5〕ウンデカン、トリエチレングリコールビス〔(3-第三ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)プロピオネート〕などが挙げられ、樹脂100重量部に対して、0.001~10重量部、より好ましくは、0.05~5重量部が用いられる。

【0027】

上記リン系酸化防止剤としては、例えば、トリスノニルフェニルホスファイト、トリス(2, 4-ジ第三ブチルフェニル)ホスファイト、トリス〔2-第三ブ

チル-4-(3-第三ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニルチオ)-5-メチルフェニル] ホスファイト、トリデシルホスファイト、オクチルジフェニルホスファイト、ジ(デシル)モノフェニルホスファイト、ジ(トリデシル)ペンタエリスリトールジホスファイト、ジ(ノニルフェニル)ペンタエリスリトールジホスファイト、ビス(2, 4-ジ第三ブチルフェニル)ペンタエリスリトールジホスファイト、ビス(2, 6-ジ第三ブチル-4-メチルフェニル)ペンタエリスリトールジホスファイト、ビス(2, 4, 6-トリ第三ブチルフェニル)ペンタエリスリトールジホスファイト、ビス(2, 4-ジクミルフェニル)ペンタエリスリトールジホスファイト、テトラ(トリデシル)イソプロピリデンジフェノールジホスファイト、テトラ(トリデシル)-4, 4'-n-ブチリデンビス(2-第三ブチル-5-メチルフェノール)ジホスファイト、ヘキサ(トリデシル)-1, 1, 3-トリス(2-メチル-4-ヒドロキシ-5-第三ブチルフェニル)ブタントリホスファイト、テトラキス(2, 4-ジ第三ブチルフェニル)ビフェニレンジホスホナイト、9, 10-ジハイドロ-9-オキサ-10-ホスファフェナンスレン-10-オキサイド、2, 2'-メチレンビス(4, 6-第三ブチルフェニル)-2-エチルヘキシルホスファイト、2, 2'-メチレンビス(4, 6-第三ブチルフェニル)-オクタデシルホスファイト、2, 2'-エチリデンビス(4, 6-ジ第三ブチルフェニル)フルオロホスファイト、トリス(2-[ (2, 4, 8, 10-テトラキス第三ブチルジベンゾ[d, f][1, 3, 2]ジオキサホスフェピン-6-イル)オキシ]エチル)アミン、2-エチル-2-ブチルプロピレングリコールと2, 4, 6-トリ第三ブチルフェノールのホスファイトなどが挙げられる。

【0028】

チオエーテル系酸化防止剤としては、チオジプロピオン酸ジラウリル、チオジプロピオン酸ジミリスチル、チオジプロピオン酸ジステアリル等のジアルキルチオジプロピオネート類およびペンタエリスリトールテトラ(β-ドデシルメルカプトプロピオネート)等のポリオールのβ-アルキルメルカプトプロピオン酸エステル類が挙げられる。

【0029】

紫外線吸収剤としては、2, 4-ジヒドロキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-オクトキシベンゾフェノン、5, 5'-メチレンビス(2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン)等の2-ヒドロキシベンゾフェノン類；2-(2'-ヒドロキシ-5'-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ第三ブチルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-3'-第三ブチル-5'-メチルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-5'-第三オクチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジクミルフェニル)ベンゾトリアゾール、2, 2'-メチレンビス(4-第三オクチル-6-ベンゾトリアゾリル)フェノール、2-(2'-ヒドロキシ-3'-第三ブチル-5'-カルボキシフェニル)ベンゾトリアゾール等の2-(2'-ヒドロキシフェニル)ベンゾトリアゾール類；フェニルサリシレート、レゾルシノールモノベンゾエート、2, 4-ジ第三ブチルフェニル-3, 5-ジ第三ブチル-4-ヒドロキシベンゾエート、2, 4-ジ第三アミルフェニル-3, 5-ジ第三ブチル-4-ヒドロキシベンゾエート、ヘキサデシル-3, 5-ジ第三ブチル-4-ヒドロキシベンゾエート等のベンゾエート類；2-エチル-2'-エトキシオキザニリド、2-エトキシ-4'-ドデシルオキザニリド等の置換オキザニリド類；エチル- $\alpha$ -シアノ- $\beta$ ,  $\beta$ -ジフェニルアクリレート、メチル-2-シアノ-3-メチル-3-(p-メトキシフェニル)アクリレート等のシアノアクリレート類；2-(2-ヒドロキシ-4-オクトキシフェニル)-4, 6-ビス(2, 4-ジ第三ブチルフェニル)-s-トリアジン、2-(2-ヒドロキシ-4-メトキシフェニル)-4, 6-ジフェニル-s-トリアジン、2-(2-ヒドロキシ-4-プロポキシ-5-メチルフェニル)-4, 6-ビス(2, 4-ジ第三ブチルフェニル)-s-トリアジン等のトリアリールトリアジン類が挙げられる。

# 【0030】

ヒンダードアミン系光安定剤としては、例えば、2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジルステアレート、1, 2, 2, 6, 6-ペンタメチル-4-ピペリジルステアレート、2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジルベンゾ

エート、ビス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)セバケート、  
 ビス(1, 2, 2, 6, 6-ペンタメチル-4-ピペリジル)セバケート、テト  
 ラキス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジルブタンテトラカルボキ  
 シレート、テトラキス(1, 2, 2, 6, 6-ペンタメチル-4-ピペリジルブ  
 タンテトラカルボキシレート、ビス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペ  
 リジル)・ジ(トリデシル)-1, 2, 3, 4-ブタンテトラカルボキシレート  
 、ビス(1, 2, 2, 6, 6-ペンタメチル-4-ピペリジル)・ジ(トリデシ  
 ル)-1, 2, 3, 4-ブタンテトラカルボキシレート、ビス(1, 2, 2, 6  
 , 6-ペンタメチル-4-ピペリジル)-2-ブチル-2-(3, 5-ジ第三ブ  
 チル-4-ヒドロキシペンジル)マロネート、1-(2-ヒドロキシエチル)-  
 2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジノール/コハク酸ジエチル重縮合  
 物、1, 6-ビス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジルアミノ)ヘ  
 キサン/ジブプロモエタン重縮合物、1, 6-ビス(2, 2, 6, 6-テトラメチ  
 ル-4-ピペリジルアミノ)ヘキサン/2, 4-ジクロロ-6-モルホリノー s  
 -トリアジン重縮合物、1, 6-ビス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピ  
 ペリジルアミノ)ヘキサン/2, 4-ジクロロ-6-第三オクチルアミノ s  
 -トリアジン重縮合物、1, 5, 8, 12-テトラキス[2, 4-ビス(N-ブチ  
 ル-N-(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)アミノ)-s-トリ  
 アジン-6-イル]-1, 5, 8, 12-テトラアザドデカン、1, 5, 8,  
 12-テトラキス[2, 4-ビス(N-ブチル-N-(1, 2, 2, 6, 6-ペン  
 タメチル-4-ピペリジル)アミノ)-s-トリアジン-6-イル]-1, 5  
 , 8, 12-テトラアザドデカン、1, 6, 11-トリス[2, 4-ビス(N-ブ  
 チル-N-(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)アミノ)-s  
 -トリアジン-6-イルアミノウンデカン、1, 6, 11-トリス[2, 4-ビ  
 ス(N-ブチル-N-(1, 2, 2, 6, 6-ペンタメチル-4-ピペリジル)  
 アミノ)-s-トリアジン-6-イルアミノウンデカン等のヒンダードアミン化  
 合物が挙げられる。

【0031】

他の造核剤としては、アルミニウム-p-tert-ブチルベンゾエート、リ

チウム-p-tert-ブチルベンゾエート等の安息香酸類の金属塩；ジベンジリデンソルビトール、ビス（4-メチルベンジリデン）ソルビトール、ビス（4-エチルベンジリデン）ソルビトール、ビス（ジメチルベンジリデン）ソルビトール等のベンジリデンソルビトール類；グリセリン亜鉛等の金属アルコラート類；グルタミン酸亜鉛等のアミノ酸金属塩などが挙げられる。

【0032】

本発明の造核剤組成物を添加された合成樹脂組成物は、用いられる合成樹脂の特性に応じて建築資材、農業用資材、自動車部品、包装用資材、雑貨、玩具、家電製品など種々の用途に用いることができる。

【0033】

【実施例】

（化合物No.1の合成）

2, 2'-メチレンビス（4, 6-ジ-tert-ブチルフェニル）ホスフェート1458g（3モル）、水酸化ナトリウム120g（3モル）と水300gの溶液およびメタノール292gをニーダー中に仕込み、室温で一時間混練した。減圧下に乾燥した後粉碎し、1264gの白色粉末の化合物No.1を得た。得られた化合物No.1の粉体の平均粒径は27 $\mu$ m、アスペクト比は16、かさ比重は0.08であった。この粉末を原料粉体Aとして以下の粉碎試験に用いた。

【0034】

（粉碎試験）

原料粉体Aを表1記載の粉碎機で30分および3時間粉碎して各々の平均粒径とアスペクト比およびかさ比重を測定した。また、粉碎方法を組み合わせる効果を確認する目的で2種類の粉碎方法を30分毎行った場合と1種類の粉碎方法を30分間で2種類目を2時間30分行った場合についても平均粒径、アスペクト比、かさ比重を測定した。結果を表1に示す。なお、粉碎方法としては、方法1：ジェットミル、方法2：ボールミルである。

なお平均粒径及びかさ比重（かさ密度）は、JIS K6900に準じて測定した。また平均アスペクト比は、顕微鏡写真からランダムに100個の結晶について長軸及び短軸の長さを測定し、長軸／短軸の平均を求めた。



【0035】

【表1】

表 1

	粉碎方法				平均粒径	アスペクト比	かさ比重
	方法	時間	方法	時間	$\mu\text{m}$		$\text{g/cm}^3$
比較例 1	1	0.5	—		3.2	26	0.06
比較例 2	1	3.0	—		1.8	23	0.08
比較例 3	2	0.5	—		2.5	15	0.12
実施例 1	2	3.0	—		1.7	7	0.15
実施例 2	1	0.5	2	0.5	1.8	9	0.13
実施例 3	1	0.5	2	2.5	0.3	2	0.25
実施例 4	2	0.5	1	2.5	0.6	6	0.19

【0036】

表1の比較例1と比較例2および実施例1と比較例3から、粉碎時間を長くすることで平均粒径は粉碎方法によらず小さくなるが、アスペクト比は粉碎方法により粉碎時間を長くすることで小さくなるものと、あまり変化のないものがあることは明かである。すなわち、粉碎方法を選択し、粉碎時間を長くすることでアスペクト比が小さい粉体を得られる。また、実施例2～3から粉碎方法を組み合わせることで効果的にアスペクト比の小さな粉体を得られる。

【0037】

(参考例)

以下に、本発明の造核剤を樹脂に添加した場合の効果を参考例により示す。ただし、以下の参考例により本発明はなんら制限されるものではない。

【0038】

ポリプロピレン（モンテル社製、商品名「Profax 6501」）100重量部、ステアリン酸カルシウム0.05重量部、テトラキス〔3-（3,5-ジ第三ブチル-4-ヒドロキシフェニル）プロピオン酸メチル〕メタン0.1重量部、造核剤（表2参照）0.1重量部をヘンシェルミキサーでブレンドし、250℃で押出して、ペレットとした。このペレットを230℃で射出成形してシート状の試験片を作成した。得られた試験片をASTM D-1003-61に基づいて霞度を測定し、ASTM D-256に基づいて、20℃におけるアイソット衝撃強度（ $\text{kg} \cdot \text{cm}/\text{cm}^2$ ）を測定した。結果を表2に示す。

【0039】

【表2】

表 2

	造核剤	霰度	アイソット 衝撃強度
参考例			
1-1	実施例 1	15	6.6
1-2	実施例 2	14	6.5
1-3	実施例 3	12	6.8
1-4	実施例 4	13	6.8
比較参考例			
1-1	比較例 1	20	6.1
1-2	比較例 2	21	6.2
1-3	比較例 3	23	6.0

【0040】

## 【発明の効果】

芳香族リン酸エステル金属塩系造核剤を平均粒径  $10\mu\text{m}$  以下、アスペクト比 10 以下、かさ比重 0.1 以上に粉砕することで、取り扱い性、すなわち仕込み性に優れ、粉塵が抑制され、かつ樹脂に添加した際の物性改良効果に優れた造核剤を提供できる。

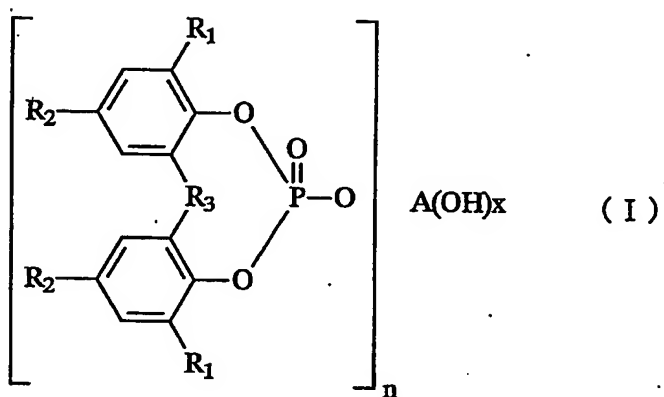
【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 樹脂へ添加する際の取り扱いに優れ、添加された樹脂の透明性や機械強度の向上効果にも優れた造核剤を提供すること。

【解決手段】 平均粒径が  $10\ \mu\text{m}$  以下であり、平均アスペクト比が 10 以下であり、かつ、かさ比重が 0.1 以上である一般式 (I) で表わされる芳香族リン酸エステル金属塩からなる造核剤。

【化 1】



(式中、 $\text{R}_1$ は炭素原子数 4～8 のアルキル基を、 $\text{R}_2$ は水素原子または炭素原子数 1～8 のアルキル基を、 $\text{R}_3$ は炭素原子数 1～4 のアルキリデン基を、A は ( $n+x$ ) 価の金属を、 $n$  は 1～3 の整数を、 $x$  は 0～2 の整数を表す。)

【選択図】 なし。

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000000387]

1. 変更年月日 1990年 8月15日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 東京都荒川区東尾久7丁目2番35号  
氏 名 旭電化工業株式会社